

Holten, den 5.4.1937.
B.G. Schu./Htg.

1750
1937

Benzingewinnung.

10734

Herrn Direktor Alberts!

Betr.: Kontaktreduktion Versuchs-Anlage Ruhrbenzin.

In der Besprechung vom 9.12.1936 (Aktennotiz vom 11.12.36.) wurden systematische Versuche zur Feststellung der günstigsten Reduktionsbedingungen für Fertikorn vereinbart mit der Absicht, den Kontaktbedarf der Ruhrbenzin A.-G.z.T. in eigener Anlage herzustellen. Durch geeignete Anordnung der Reduktionsgefäße können die Einzelchargen direkt in einen Kontaktkübel entleert werden. Die Trängung erfolgt in der Katorfabrik.

Die Apparatur ist in beiliegender Skizze angegeben. Durch eine Füllschleuse wurde die Masse in den Reduktionsraum gegeben und mittels eines drehbaren Kreuzes eben gestrichen. In verschiedenen Höhen über den Entleerungslochen waren Stützen zur Temperaturmessung angebracht. Schieber erwiesen sich, soweit sie mit der Kontaktmasse in Berührung kamen, als ungeeignet, da sie sich nach kurzer Zeit mit feiner Masse zusetzen, nur noch schwer zu betätigen sind und oft nach jeder Charge gereinigt werden müssen. An ihrer Stelle wurden Klappen mit Dichtungsringen aus Feichkupfer eingebaut, die einwandfrei und rasch arbeiten. Das Austrittsrohr für den Wasserstoff darf nicht wagerecht, sondern muss schräg aufwärtsteigend verlagert und lang genug gemacht werden, damit der beim Entleeren mitgerissene Kontaktstaub sich dort sammeln und zurückfallen kann. Aus dem gleichen Grund muss der Schieber der Gasaustrittsleitung in genügender Entfernung von der Entleerungsstelle angebracht werden. Der Einbau eines feinmaschigen Siebes zum Schutz des Schiebers hat sich als unweckmässig erwiesen, da es in kürzester Zeit verstopft ist und den Gasweg vollkommen unterbricht. Das gut isolierte Reduktionsgefäß wird indirekt beheizt, indem der Wasserstoff zuvor einen gasgespeisten Erhitzer passiert. Am Ablassstutzen sind Probestellen zur Entnahme von Kontaktproben angebracht. Füllung und Entleerung sollen ohne Unterbrechung des Heizgasstromes vor sich gehen.

Von den Faktoren, die Einfluss auf die Reduktion haben, wurde zunächst die H_2 -Menge ermittelt, die bei den gegebenen Abmessungen unserer Apparatur zur Aufrechterhaltung der nötigen Reduktionstem-

peratur im Innern erforderlich ist. Es ergaben sich 200 - 250 m³/Std. Da andererseits möglichst geringe Kontaktschichthöhen zur Anwendung kommen sollten, stand ein schlechtes Reduktionsverhältnis (m³H₂/Std. und kg Co.) fest, das nur bei Weiterverwendung des praktisch unverbrauchten Wasserstoffs wirtschaftlich vertretbar ist.

Für die Ermittlung der geeigneten Reduktionstemperatur u. Zeit wurde die Wasserstoffmenge mit 250 m³/Std. und die Schichthöhe des Kontaktes mit 200 mm entspr. etwa 200 Ltr. = 18 kg Co konstant gehalten. Bei einer Schichthöhe von nur 100 mm war das Korn ungleichmässig oder überhaupt nicht reduziert. Offenbar konnte die Masse nicht genügend gleichmässig über das Sieb verteilt werden, sodass die grössere Menge Wasserstoff ausserhalb des Kontaktes direkt durch den freien Siebrand ging.

Die schädigende Wirkung höherer Reduktionstemperaturen und -Zeiten auf die Aktivität des Kontaktes sind bekannt. Beide Faktoren waren daher zweckmässig so niedrig wie möglich zu halten.

Inbesondere sollte auch festgestellt werden, ob ein Einfluss des Reduktionswertes, d. i. der von der gesamten Co-Menge zu Metall reduzierte Anteil, auf die Aktivität und evtl. Lebensdauer der Kontakte vorliegt. Eine röntgenographische Untersuchung solcher durch ihren Reduktionswert differenzierter Kontakte, die bei konstanter Temperatur durch Variation der Reduktionszeiten zu erwarten waren, wurde in Erwägung gezogen.

Schliesslich wurden einige Reduktionsversuche mit bei 200 und 250° vorgetrocknetem Pertigkorn ausgeführt. Bekanntlich verhindert die Anwesenheit von Wasserdampf im Wasserstoff den Reduktionsvorgang. Bei grösseren Schichthöhen und kurzen Reduktionszeiten werden die oberen Kontaktschichten zwar reduziert, es besteht aber die Gefahr, dass die unteren nur ungenügend reduziert werden, da sie zunächst dem von oben kommenden wasserdampfhaltigen Wasserstoff ausgesetzt sind. In einem System mit 2 oder mehreren Reduktionsgefässen kann bei entsprechender Schaltung die Vortrocknung jeweils durch das Abgas des vorhergehenden in Reduktion befindlichen Gefässes erfolgen.

Die Untersuchung der Kontakte erfolgte im Betriebslabor der Ruhrbenzin A.-G. Die zur Aktivitätsbestimmung nötigen Proben wurden direkt in Tränkenbenzin, die zur Reduktionswertbestimmung trocken in ein luftdicht verschliessbares CO₂ - gefülltes Gefäss einfallen lassen. Der abgelassene Kontakt wurde entweder direkt

unter Tränköl aufgefangen oder nachträglich getränkt. Dabei wurden mit gutem Erfolg auch Mischungen von destilliertem A.-K.-Benzin mit Petroleum oder Gasöelfractionen verwendet, d.h. Komponenten mit wenig getrennten Siedebereichen.

^{2. Versuch} Die Ergebnisse sind in beiliegenden Tabellen und Kurven niedergelegt und können wie folgt zusammengefasst werden:

- 1.) Die Reduktion erfolgt mit genügender Geschwindigkeit kurz unterhalb 300°.
- 2.) Die bei 300°, 330°, 350° u. 375° durchgeführten Reduktionen zeigen eine in dieser Reihenfolge fallende Tendenz der Aktivität (Kontraktion) mit der Betriebsdauer. Oberhalb 350° liegt auch die Abfangaktivität niedriger. Die günstigste Reduktionstemperatur dürfte 330° betragen.
- 3.) Im Vergleich zur Reduktionstemperatur scheint der Reduktionszeit nur eine untergeordnete Bedeutung zuzukommen, wenigstens im Bereich von 300 - 350°. Das zeigt sich in der Höhe der Reduktionswerte, die unter sich stark streuen, sich aber in die Temperaturskala ohne weiteres einordnen lassen.
- 4.) Die Reduktionswerte der von der Katorfabrik der Ruhrchemie seit Januar an die Ruhrbenzin gelieferten Kontakte streuen ebenfalls beträchtlich und ordnen sich nach unseren Versuchsergebnissen in die Reduktionsgruppe 330°.
- 5.) Die Reduktionsversuche mit bei 200 und 250° vorgetrocknetem Fertiggorn brachten keine Sonderergebnisse. Die bei der Vortrocknung eingetretene Gefügeänderung scheint demnach keinen Einfluss auf die Reduktion zu haben.

Kontaktlieferungen Ruhrbergwerk an Ruhr. Eisen. Januar 1937

Kontraktionen nach Labor - Prüfung.

Kübel- & Ofen Kenn-Nr.	Ofen Fülldat.	Red.-Wert	20	100	200	300	400	500	600	700	800	St
Rpr.201 256	122 3.1.37.	68%	70	69	70	66	66	65	62	60	51	
RCH.4 255	121 11.1.37.	84%	72	71	66	71	67	65	63	55	50	
RCH.11 276	12 20.1.37.	64%	71	73	68	66	63	60	55			
RCH.16 274	11 15.1.37	79%	71	73	66	63	59	54	46			
BBa.111 275	11 15.1.37.	71%	73	72	70	65	62	57	50			
BBa.101 254	121 11.1.37	72%	71	70	68	63	62	60	57	48	45	
RCH.1 276	124 20.1.37	64%	71	70	71	70						
V.301 280	124 23.1.37.	67%	71	68	70	66	62					
Mittelwerte:			64 - 84%	71	71	70	66	63	60	56	54	48

Kontaktreduktion Versuchs - Anlage Ruhrbenzin AG.

Kontraktions - Mittelwerte bei verschiedenen Red.-Temperaturen.

Temp.	Red.-Wert.	20	100	200	300	400	500	600	Std.
300°	57-71 %	71	71	70	68	67	65	61	
330°	66-100%	72	72	70	67	66	65	59	
350°	51-95 %	71	70	67	68	62	56	51	
375°	80-100%	67	70	67	66	65	54	-	
ROH.	64-84%	71	71	70	66	63	60	56	

Kontaktreduktion Versuchs - Anlage Ruhrbergwerk A.-9.

Kontraktionen nach Labor - Prüfungen.

Schichthöhe: 200 mm.

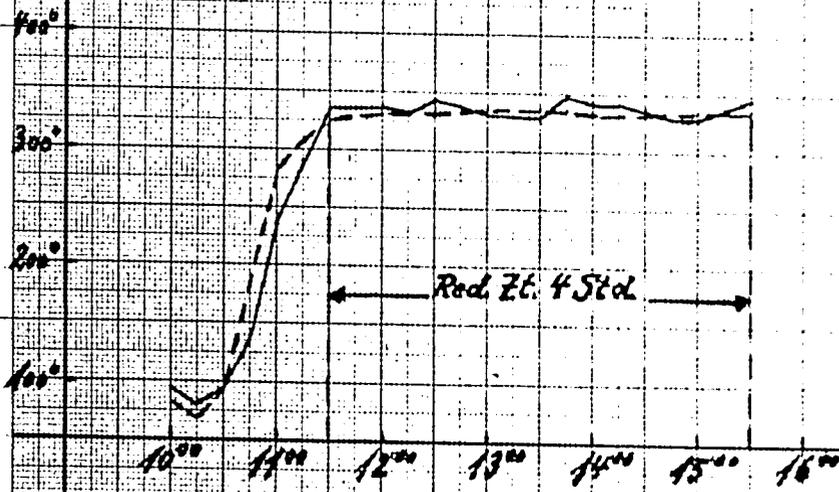
Temp.	Red.-Wert	Red.-Std.	Red.-Nr. 20	100	200	300	400	500	600	700	Std.
300°	45	2	4	73	65	54	56	57			
	46	2	23	73		69		59	64		
	57	16	43	71	72		66			62	
	63	16	44	72	72	72	69				62
	71	4	42	71	71	70		68			60
	71	5	22	71		70		66	65		
	330°	66	1	19	69	73	67			68	59
69		1/2	18	72	73	67	65	62	60	53	56
69		4	15	69	73	70		69	67	64	58
73		1	17	72	70	71	69	66	66	63	58
74		3	16	73	71	73		67	64	64	58
76		1/2	36	73	69	69		68		62	61
77		1	37	72	70	69	69		64	59	
87		4	41	72	71	70	68	69	68		61
89		16	40	72	68	70		64			57
98		16	38	72	69				65	58	
100		4	39	72	69	69	66				56
350°		51	1/2	21	71	71	66	68	64	57	51
	86	2	9	69	69	67		59	55		
	95	2	12	72	69						
	96	lange	2	46	46	44					
375°	80	1	13		72	68	66	62	57	55	56
	96	4	6		71	70	68	67			
	96	lange	3	64	65	58	54	57	55		
	97	1	14		58						
	100	4	7	67	68	62	63	54			
	100	4	8	66	-	67	66	60	51		

Kontakt-Reduktionen⁰⁷⁵⁰

Versuchs-Anlage Ruhrbenzin A.G. Herten.

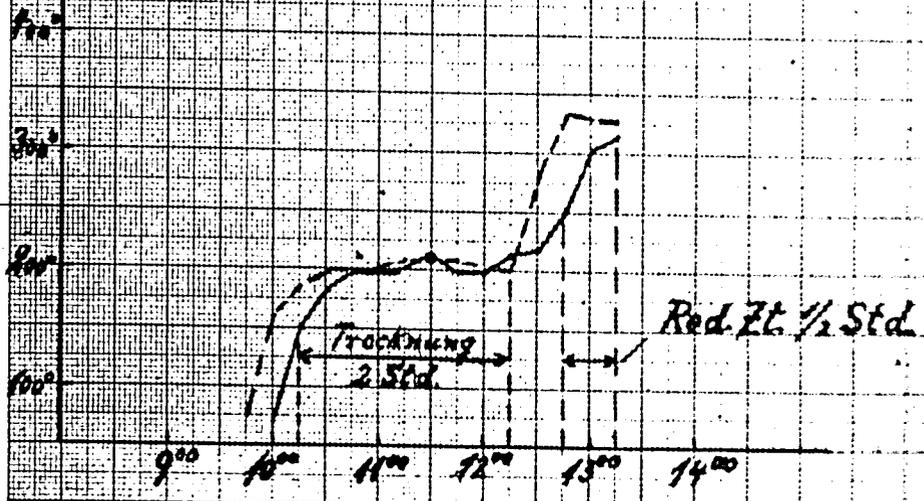
Red. 41.

Schicht b. 200^{mm}/m.



Red. 47.

Schicht h. 200^{mm}/m.

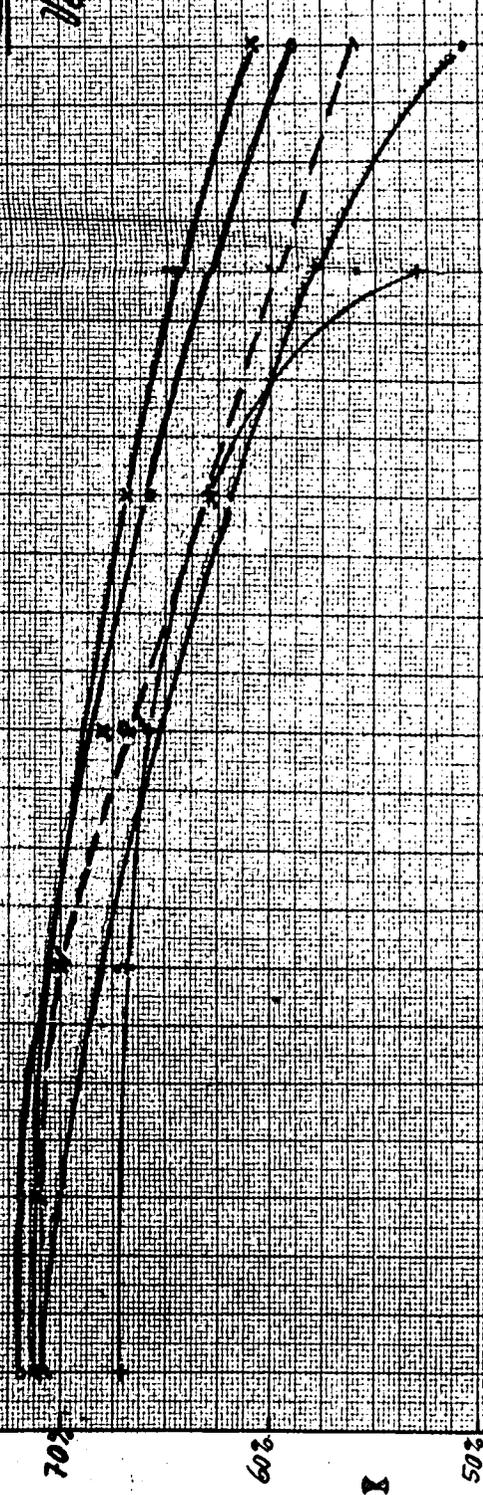


V.3. 581 x 450 mm

100%

760

Betr. Kontakt-Reduktion
Versuchs-Anlage Ruhrbenzin A.E.



% Kontaktreduktion

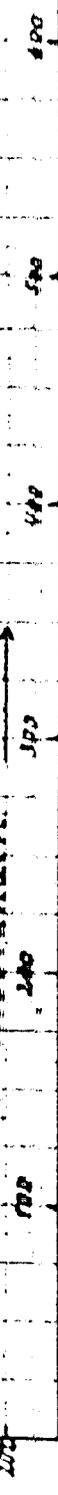
Schichthöhe

Red.-Temper. Red.-Werte Kontr.

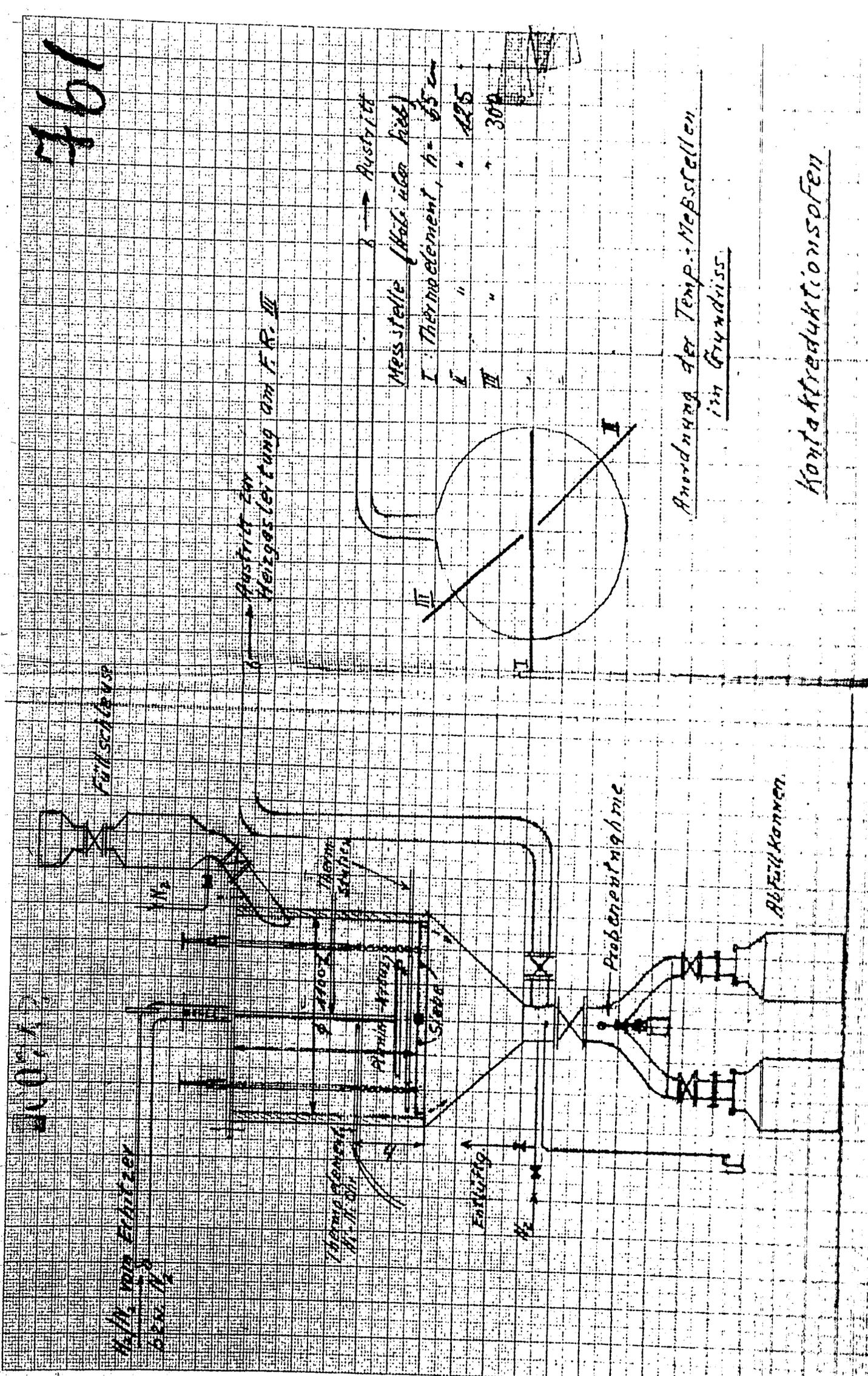
Schichthöhe	Red.-Temper.	Red.-Werte	Kontr.
200 mm	300°	57	91%
" "	330°	66	100%
" "	350°	51	95%
" "	375°	80	100%
		64	84%

ROH-Lieferungen Jan. 1937

Betriebsstunden



761



Anordnung der Temp.-Messstellen
im Grundriss.

Kontaktreduktionsofen

4. 5. 12 A